



# **INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **ESTUDO IN VITRO DA MICRODUREZA VICKERS DE DIFERENTES RESINAS COMPOSTAS SUBMETIDAS A CHEWING SIMULATOR**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Mota Jordão**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**setembro de 2014**





# **INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **ESTUDO IN VITRO DE DIFERENTES RESINAS COMPOSTAS SUBMETIDAS A CHEWING SIMULATOR**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Mota Jordão**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Professor Doutor José Martins dos Santos**

**setembro de 2014**







**“There’s a crack in everything, that’s how the light gets in...”**

**(Leonard Cohen)**



## **Agradecimentos**

Ao **Professor Doutor Martins dos Santos** e ao **Prof. Doutor Mário Polido** por todo o apoio, orientação e disponibilidade durante a execução deste trabalho, e por me terem permitido a escolha deste tema.

Ao Prof. Doutor José de Brito, pela ajuda prestada na análise estatística.

A todos os professores do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz que fizeram parte integrante da minha formação, em especial ao Prof. Doutor José João Mendes pela clinica de excelência onde aprendi, pela motivação, exigência e rigor.

Ao Sr. Mário Alexandre da manutenção pelo incansável empenho e ajuda preciosa nos momentos críticos.

Ao meu Pai, que me ensinou a ver os problemas como desafios e à minha Mãe que me mostrou sempre a importância da persistência, da organização e também das horas sono. Sem eles não teria sido possível.

Ao meu irmão Miguel, por me tornar perfeccionista e me colocar a fasquia bem alta e ao meu irmão Francisco, que poderia encher todas estas páginas com factos absolutamente incríveis e para muitos de leitura mais agradável.

Ao Luís Rodrigues, por todas as peripécias que partilhámos, por tudo o que me ensinou e por me dar uma amizade difícil de encontrar.

À Mariana Ivens, por todo o nosso percurso académico, por ter sido um orgulho começar a ser médica dentista ao seu lado, pela sua amizade e por todo o apoio que me deu sempre nestes 5 anos e em particular neste projeto.

À Carolina Caramujo, Inês Caetano Santos, Joana Castanho, Andreia Araújo, Joana Martins e ao Gonçalo Curado por saberem sempre transformar os piores momentos em bons, pela companhia mesmo nas difíceis horas passadas no laboratório e, claro, pela nossa amizade.

Ao Diogo, por ser sempre o primeiro a apostar no meu sucesso, por ter acreditado sempre em mim e por toda a força que me deu.



## Resumo

**Objectivo:** Avaliar a relação da microdureza *Vickers* com a diferente composição de carga inorgânica de três resinas compostas, com envelhecimento por *chewing Simulator*.

**Materiais e Métodos:** Estudo *in vitro* em que se confeccionaram discos de 2mm de espessura por 10mm de diâmetro com resina composta Filtek Z-250 (3M ESPE – Minnesota, USA) (GA n=10), Filtek Supreme XTE (3M ESPE – Minnesota, USA) (GB n=10) e Filtek Z-100 (3M ESPE – Minnesota, USA) (GC n=10). Foram inicialmente realizadas 5 medições consecutivas dos valores de microdureza através do teste de Microdureza de Vickers, que foram repetidas após o envelhecimento artificial a que estes foram sujeitos através 240 000 ciclos, frequência de 1,6 Hz, força de 50N e movimento lateral de 0,7mm por Chewing Simulator.

**Resultados:** O envelhecimento resulta numa diminuição significativa da dureza da resina ( $p = 0,001$ ) de 95,5%. O efeito e magnitude do envelhecimento manifesta-se independentemente do tipo de resina ( $p = 0,631$ ). A dureza das resinas difere significativamente entre os 3 tipos de resinas ( $p < 0,001$ ), com uma potência observada de 99.9%. As comparações múltiplas entre resinas efectuadas com o teste de Tukey mostram que a microdureza da resina Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) é significativamente mais elevada que a das resinas Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) ( $p < 0,001$ ) e Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) ( $p < 0,001$ ), sendo que estas 2 últimas não apresentam diferenças significativas ( $p = 0,412$ ).

**Conclusão:** Há alteração na microdureza das resinas compostas submetidas ao envelhecimento, sendo que a resina composta híbrida é a que sofre menor alteração. As resinas compostas microhíbridas e nanoparticuladas sofrem maior alteração na sua microdureza mas as diferenças de microdureza entre as duas não são consideradas significativas.

**Palavras-chave:** Microdureza Vickers; Chewing Simulator; Resinas compostas; Fadiga mastigatória;

## Abstract

**Objective:** Evaluate the relationship between Vickers hardness of three resins composites with different inorganic loads, when submitted to aging by chewing simulator.

**Materials and Methods:** Discs of 2mm thick by 10mm diameter were made with Filtek Z-250 (3M ESPE - Minnesota, USA) (n = 10 GA), Filtek Supreme XTE (3M ESPE - Minnesota, USA) (n = 10 GB) and Filtek Z-100 (3M ESPE - Minnesota, USA) (GC n = 10). To each of those specimens were performed 5 consecutive measurements of microhardness through the Vickers microhardness test, they were repeated after artificial aging to which they were subjected to 240 000 cycles, 1.6 Hz, 50N, and 0.7 mm by Chewing Simulator.

**Results:** The aging results in a significant decrease in the hardness of the resin ( $p = 0.001$ ) observed with a potency of 95.5%. The effect of aging and magnitude is expressed irrespective of the type of resin ( $p = 0.631$ ). The hardness of the resins differs significantly among the three types of resins ( $p < 0.001$ ), with an observed power of 99.9%. Multiple comparisons between resins made with Tukey's test show that the microhardness of Filtek <sup>TM</sup> Z-100 (3M ESPE <sup>TM</sup> - Minnesota, USA) is significantly higher than that of Filtek <sup>TM</sup> Z-250 (3M ESPE <sup>TM</sup> - Minnesota, USA) ( $p < 0.001$ ) and Filtek <sup>TM</sup> Supreme XTE (3M ESPE <sup>TM</sup> - Minnesota, USA) ( $p < 0.001$ ), and those two show no significant differences ( $p = 0.412$ ).

**Conclusion:** The change of the microhardness of resins composite submitted to aging by Chewing Simulator is commune to all the composites in study. The hybrid composite suffered minor changes compared to the other two in study. The microhybrid composite and nanofilled suffered greater change in their microhardness but the differences between them are not considered significant.

**Keywords:** Vickers Microhardness; Chewing Simulator; Resin composites; masticatory fatigue.





# Índice Geral

<b>I. Introdução</b>	<b>16</b>
<b>II. Resinas Compostas</b>	<b>18</b>
<i>Composição</i>	19
Matriz Orgânica	19
Partículas de Carga	21
Agentes de união	23
Ativadores e iniciadores	23
Pigmentos	24
<i>Classificação</i>	25
Resinas compostas Macroparticuladas	26
Resinas compostas Microparticuladas	27
Resinas compostas Microhíbridas	28
Resinas compostas Nanoparticuladas	28
<b>III. Microdureza de Vickers</b>	<b>30</b>
<b>IV. Objectivo do estudo</b>	<b>33</b>
<b>V. Hipóteses do estudo</b>	<b>34</b>
<i>Hipótese Nula</i>	34
<i>Hipótese alternativa</i>	34
<b>VI. Materiais e Métodos</b>	<b>35</b>
<i>Materiais utilizados</i>	35
<i>Procedimentos laboratoriais</i>	36
<b>VII. Resultados</b>	<b>43</b>
<b>VIII. Discussão</b>	<b>48</b>
<b>IX. Conclusões</b>	<b>55</b>
<b>X. Bibliografia</b>	<b>56</b>

## Índice de figuras

<b>Figura 1.</b> Diagrama representativo do desenvolvimento cronológico das resinas compostas <i>in Anusavice et al.</i> , 2013.....	19
<b>Figura 2 .</b> Representação da estrutura molecular de dimetacrilatos frequentemente utilizados na constituição de resinas compostas dentárias <i>in Klapdohr &amp; Moszner</i> , 2004.....	21
<b>Figura 3.</b> Micrografia de Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM) representativa da estrutura de diferentes partículas de carga inorgânica utilizadas em resinas compostas <i>in Klapdohr &amp; Moszner</i> , 2004.....	22
<b>Figura 4.</b> Micrografia de Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM) representativa da estrutura de pigmentos que conferem opalescência (à esquerda) e pigmentos de xerogel (à direita) <i>in Klapdohr &amp; Moszner</i> , 2004.....	25
<b>Figura 5.</b> Diagrama representativo do desenvolvimento cronológico da composição das resinas compostas com base nas modificações das partículas de carga inorgânica <i>in Ferracane</i> , 2011.....	26
<b>Figura 6.</b> Diagrama representativo dos <i>nanoclusters</i> de zircónia/sílica e partículas dispersas na matriz resinosa de uma resina compostas nanoparticulada <i>in Curtis et al.</i> , 2009.....	29
<b>Figura 7.</b> Esquema representativo da indentação de <i>Vickers in</i> (Doucet, Tavernier, Colon, & Picard, 2008).....	32
<b>Figura 8.</b> Imagem recolhida durante a confecção dos discos de resina.....	37
<b>Figura 9.</b> Imagem recolhida aquando a polimerização de um dos discos de resina da amostra.....	37

<b>Figura 10.</b> Imagem recolhida após a confecção de um dos grupos da amostra.....	38
<b>Figura 11.</b> Imagem recolhida do ecrã do microdurómetro digital <i>Vickers</i> HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) durante a programação para iniciar o teste.....	38
<b>Figura 12.</b> Imagem recolhida do microdurómetro digital <i>Vickers</i> HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) aquando a indentação de um dos discos da amostra.....	39
<b>Figura 13.</b> Representação esquemática de uma câmara do <i>chewing simulator</i> (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen- Westerham, Germany) in (Kohal, Wolkewitz, & Tsakona, 2011).....	39
<b>Figura 14.</b> Imagem recolhida durante a inclusão dos discos de resina composta de um dos grupos em estudo em resina acrílica quimicamente ativada (Vertex-Dental B. V. – Zeist, Holanda).....	40
<b>Figura 15.</b> Imagem recolhida durante a montagem dos suportes nas câmaras do <i>chewing simulator</i> (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen - Westerham, Germany)....	40
<b>Figura 16.</b> Imagem recolhida durante a submersão com água destilada a 36°C de todo o disco de resina composta e suporte.....	41
<b>Figura 17.</b> Imagem representativa do microdurómetro digital <i>Vickers</i> HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) captada no Laboratório de Biomateriais do ISCSEM, utilizado no presente estudo.....	41

## Índice de tabelas

<b>Tabela 1.</b> Valores Iniciais de Microdureza Vickers do grupo A em Kg/mm <sup>2</sup> .....	43
<b>Tabela 2.</b> Valores Iniciais de Microdureza Vickers do grupo B em Kg/mm <sup>2</sup> .....	43
<b>Tabela 3.</b> Valores Iniciais de Microdureza Vickers do grupo C em Kg/mm <sup>2</sup> .....	44
<b>Tabela 4.</b> Valores finais de Microdureza Vickers do grupo A em Kg/mm <sup>2</sup> .....	44
<b>Tabela 5.</b> Valores finais de Microdureza Vickers do grupo B em Kg/mm <sup>2</sup> .....	45
<b>Tabela 6.</b> Valores finais de Microdureza Vickers do grupo C em Kg/mm <sup>2</sup> .....	45
<b>Tabela 7.</b> Microdureza Vickers dos diferentes tipos de resina antes e após envelhecimento.....	46
<b>Tabela 8.</b> Caracterização e percentagem da carga inorgânica das resinas compostas em estudo.....	51

## Índice de gráficos

<b>Gráfico 1.</b> Valores médios de microdureza <i>Vickers</i> dos diferentes grupos antes e após envelhecimento.....	47
---	----

## Lista de abreviaturas

<b>nm</b>	Nanómetro
<b>µm</b>	Micrómetro
<b>N</b>	Newton
<b>mW/cm<sup>2</sup></b>	Mili Watts por centímetro quadrado
<b>Hz</b>	Hertz
<b>bis-GMA</b>	bisphenol α-diglycidyl methacrylate
<b>EGDMA</b>	ethylene glycol dimethacrylate
<b>TEGDMA</b>	triethylene glycol dimethacrylate
<b>UDMA</b>	urethane dimethacrylate
<b>bis-EMA</b>	Bisfenol-A-Metacrilato
<b>SPSS</b>	Statistical Package for the Social Sciences
<b>ISCSEM</b>	Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz
<b>AFM</b>	Microscopia de forças atómicas
<b>ADA</b>	American Dental Association



## **I. Introdução**

Em meados do século XX a introdução das resinas compostas como materiais dentários gerou uma revolução na medicina dentária. (Jandt & Sigusch, 2009)

A demanda de novos materiais restauradores foi impulsionada pelas adversidades clínicas das amálgamas dentárias, bem como pela vontade dos médicos e doentes em ter restaurações capazes de mimetizar os tecidos dentários. (Curtis *et al.*, 2009; Ferracane, 2013)

Nos dias de hoje estas resinas compostas têm uma grande variedade de aplicações são usados como materiais restauradores tanto definitivos como provisórios, como materiais de proteção pulpar e cavitária, selantes de fissura, são também utilizados para a construção de núcleos e restaurações indiretas, assim como cimentos para as mais variadas utilizações desde a ortodontia à endodontia.

Devido à sua versatilidade, o uso destes materiais deverá continuar em ascensão na frequência de utilização, bem como na variedade de aplicações. (Ferracane, 2011)

A recente proliferação de diferentes resinas compostas no mercado pode conduzir a uma confusão e indecisão no que toca à escolha do produto mais adequado. No entanto, apesar do vasto número e diferentes tipos de resinas compostas desenvolvidas nos últimos 20 anos, todas elas têm algumas características comuns. (Blackham, Vandewalle, & Lien, 2009)

Por definição, uma resina composta é um material composto por dois ou mais componentes, sendo esses essencialmente uma mistura de diferentes partículas maleáveis que formam uma matriz orgânica e partículas rígidas de carga inorgânica. . (Klapdohr & Moszner, 2004)

O desenvolvimento das resinas compostas como alternativa às amálgamas dentárias aprofundou a otimização do tamanho, distribuição e tipo das partículas de carga resultando no aperfeiçoamento das propriedades mecânicas destes materiais. (Curtis *et al.*, 2009)



As partículas de carga melhoram drasticamente as propriedades mecânicas das resinas compostas. (Blackham *et al.*, 2009) e os avanços mais significativos das resinas compostas nas últimas décadas foram sem dúvida na melhoria dos sistemas das partículas de carga inorgânica. (Nicoleta Ilie & Hickel, 2009)

As partículas de carga determinam, não só as propriedades mecânicas dos compósitos, mas também permitem reduzir a quantidade de monómero presente e com isto reduzem a contração de polimerização, otimizam o desgaste, a translucidez, a opalescência e permitem ainda um bom polimento das rugosidades intrínsecas da superfície. São, deste modo, um material de estética muito aceitável e de fácil manuseio. (Nicoleta Ilie & Hickel, 2009)

Embora os estudos para o desenvolvimentos das suas propriedades lhes tenham conferido melhorias significativas, as resinas compostas continuam sofrer desgaste, que pode advir da deterioração da matriz e/ou das partículas de carga devido às cargas mecânicas e/ou ambientais, da alteração da interface adesiva, da microinfiltração e/ou da fractura das partículas de carga. (Drummond, 2008)

Por este motivo existem falhas prematuras das restaurações de resina composta e uma das causas mais frequentes para tal é a fadiga resultante da força exercida durante os ciclos mastigatórios. Estas forças causam pequenas fissuras que se propagam e que, com o avançar dos anos, acabam por resultar na fractura da restauração. (Curtis *et al.*, 2009)

## **II. Resinas Compostas**

Durante a primeira metade do século XX os silicatos eram o material estético de referência para as restaurações dentárias. Embora estes promovam a libertação de flúor, caíram em desuso devido ao elevado desgaste que sofrem e hoje em dia são usados praticamente apenas em dentes decíduos.

As resinas acrílicas entraram no mercado e rapidamente substituíram os silicatos, graças ao seu biomimetismo com os tecidos dentários, insolubilidade no meio oral, facilidade de manipulação e baixo custo.

Todavia, as resinas acrílicas têm também uma baixa resistência ao desgaste e contração de polimerização tão elevada, que faz com que estas se soltem das paredes da cavidade, facilitando a infiltração marginal das restaurações.

Assim a resolução destes problemas centrou-se na adição de partículas de quartzo para que se formasse uma estrutura composta.

No entanto os problemas persistiam e só em 1962, Bowen desenvolveu um novo tipo de material, os compósitos. Material revolucionário que viria a colmatar todas as falhas até então. Estes foram inovadores na época devido à utilização do monómero bisphenol-A glycidyl dimethacrylate (bis-GMA) e do silano como agente de união. Mas o seu desenvolvimento e aperfeiçoamento é contínuo e estende-se até aos dias de hoje, como se pode observar no esquema representativo da figura 1. (Anusavice *et al.*, 2013)

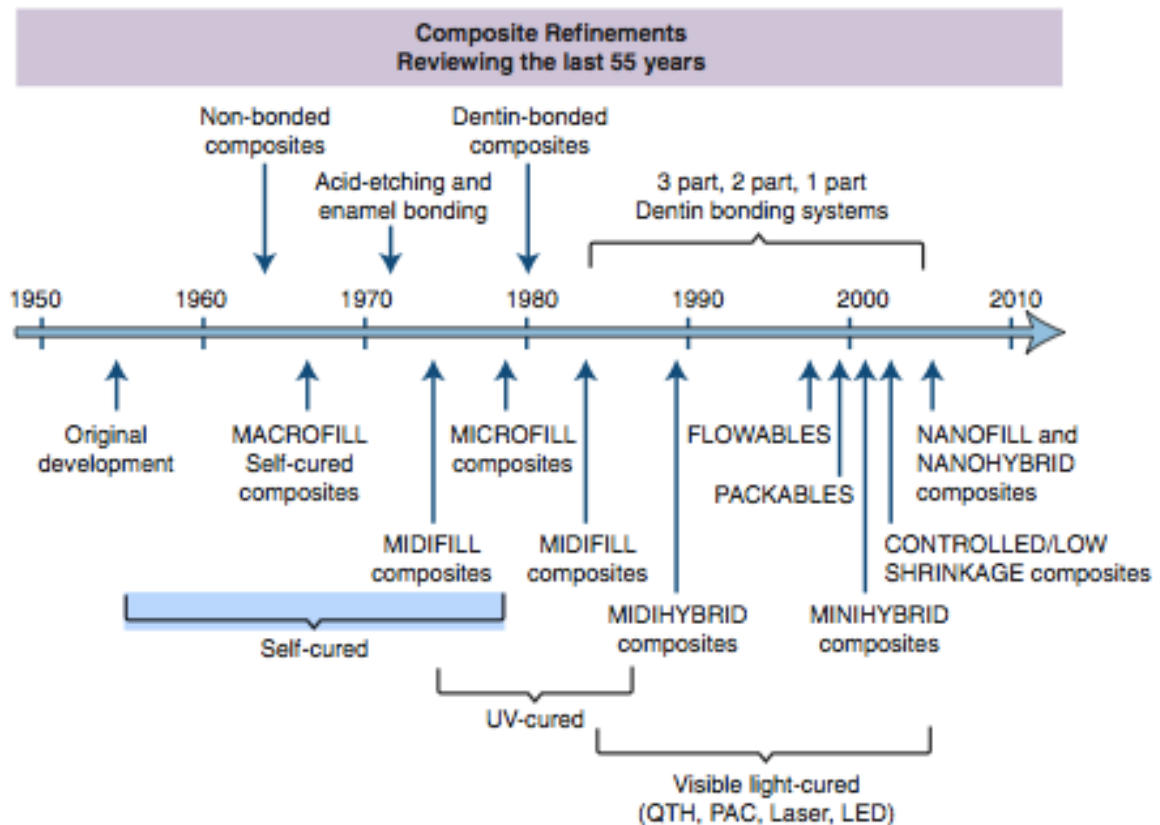


Figura 1. Diagrama representativo do desenvolvimento cronológico das resinas compostas in Anusavice *et al.*, 2013.

## Composição

De um modo geral as resinas compostas são constituídas por quatro componentes principais: matriz orgânica polimérica, a carga inorgânica, os agentes de união e o sistema ativador-iniciador. (Anusavice *et al.*, 2013; Ferracane, 2013)

## Matriz Orgânica

A matriz orgânica polimérica é um material resinoso plástico que forma uma fase contínua, à base de metacrilatos que se une, através de um agente de união, às partículas de carga inorgânica formadas à base de vidros radiopacos (silicatos), e para que haja a conversão da pasta plástica e moldável de resina numa restauração dura e durável,

existe ainda um sistema ativador-iniciador, composto por substâncias químicas que promovem a reação de polimerização.

Com o objetivo de melhorar a aparência, o desempenho e a durabilidade do material, são ainda acrescentados pigmentos que conferem a cor, inibidores de polimerização que aumentam o tempo de vida útil do material e outros aditivos de estabilização de cor. (Anusavice *et al.*, 2013; Ferracane, 2011)

A matriz resinosa da grande parte das resinas compostas é constituída por uma mistura de monómeros dimetacrilatos aromáticos ou alifáticos, exemplificados na figura 2. O Bisfenol-A-Glicidil Metacrilato (bis-GMA), o Uretano Dimetacrilato (UDMA), e o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) são os mais utilizados e possuem duplas ligações de carbono reativo nas extremidades, polimerizáveis por adição. (Anusavice *et al.*, 2013; Cramer, Stansbury, & Bowman, 2011)

O uso destes dimetacrilatos forma uma estrutura polimérica resistente e rígida, através de um grande número de ligações cruzadas, nas quais estão dispersas as partículas de carga inorgânica. (Chen, 2010)

A seleção dos monómeros que constituem a resina composta influencia as suas propriedades mecânicas, a contração de polimerização e a viscosidade. Utilizar monómeros de alto peso molecular (como o bis-GMA e UDMA) reduz a contração de polimerização e melhora as propriedades mecânicas, no entanto aumenta a viscosidade, devido às ligações de hidrogénio que ocorrem entre os grupos hidroxilo e as moléculas do monómero, o que dificulta a sua manipulação. Posto isto, são necessários monómeros com menor peso molecular (como TEGDMA) altamente fluidos para diluir estas resinas. Assim, ao inserir monómeros de baixo peso molecular e alta quantidade de carga atinge-se a viscosidade correta. O UDMA e o Bisfenol-A-Metacrilato (bis-EMA) ao terem um peso molecular mais elevado e menos ligações duplas que o TEGDMA proporcionam à resina composta uma menor contração de polimerização e uma melhor resistência ao envelhecimento. (Anusavice *et al.*, 2013; Chen, 2010; Klapdohr & Moszner, 2004)

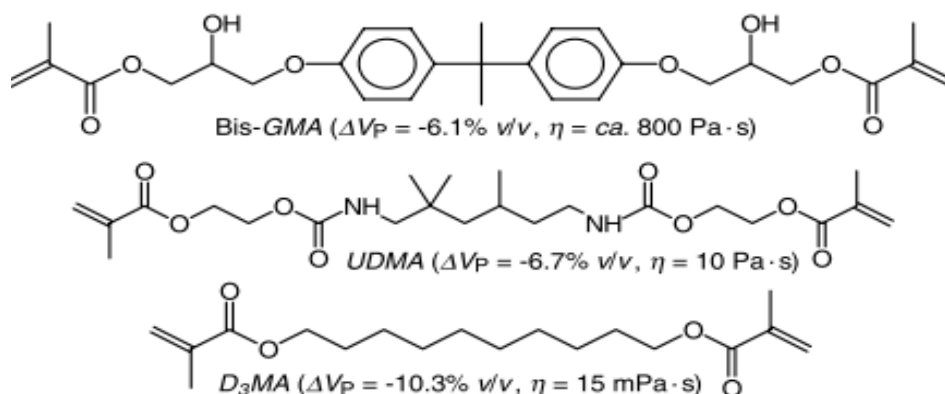


Figura 2. Representação da estrutura molecular de dimetacrilatos frequentemente utilizados na constituição de resinas compostas dentárias *in* Klapdohr & Moszner, 2004.

## Partículas de Carga

As partículas de carga inorgânica incorporadas na porção resinosa das resinas compostas melhoram drasticamente as suas propriedades físicas e químicas. São as suas diferentes dimensões e natureza que conferem às resinas compostas propriedades e aplicações clínicas distintas. (Blackham *et al.*, 2009; Halvorson, Erickson, & Davidson, 2003; Klapdohr & Moszner, 2004)

Os principais objectivos da integração das partículas de carga são o fortalecimento da resina composta e a diminuição da quantidade de matriz resinosa na sua composição. Com o aumento da fração inorgânica na resina composta, aumenta a resistência à compressão e ao desgaste, a dureza, a resistência à flexão e módulo de elasticidade, diminui o coeficiente de expansão térmica, as alterações dimensionais, reduz-se a adsorção de água e o manuseamento da resina torna-se mais fácil. (Beun, Glorieux, Devaux, Vreven, & Leloup, 2005; Blackham *et al.*, 2009)

A integração de partículas de carga inorgânica que contenham átomos de metais pesados como o bário, estrôncio ou zircônio conferem radiopacidade às resinas compostas. (Anusavice *et al.*, 2013)

Apesar da natureza destas partículas poder variar, a maior parte das resinas compostas da atualidade têm na sua composição partículas de silicato com óxidos de bário,

quartzo, estrôncio, alumínio, lítio, zircônio e zinco (figura 3). (Scougall-Vilchis, Hotta, Hotta, Idono, & Yamamoto, 2009)

Nos últimos anos tem surgido um grande avanço na área das partículas de carga, principalmente devido à aplicação da nanotecnologia nos materiais dentários. A nanotecnologia é a área que produz e manipula materiais e estruturas entre 0,1 e 100 nanômetros, através de vários métodos físicos e químicos. Recentemente foram desenvolvidas partículas de carga cujo tamanho varia entre 5-100 nanômetros. (Beun, Glorieux, Devaux, Vreven, & Leloup, 2007; Nicoleta Ilie, Rencz, & Hickel, 2013)

As partículas de carga, ao terem dimensões reduzidas, permitem uma maior distribuição pela matriz, permitindo uma menor contração de polimerização, melhores propriedades mecânicas, menor desgaste dos compósitos e melhor polimento. O tamanho reduzido das partículas de carga, melhora também as propriedades óticas das resinas compostas devido ao seu diâmetro ser uma fração do comprimento de onda da luz visível (0,4-0,8  $\mu\text{m}$ ), impossibilitando a detecção das partículas pelo olho humano. (Beun *et al.*, 2007)

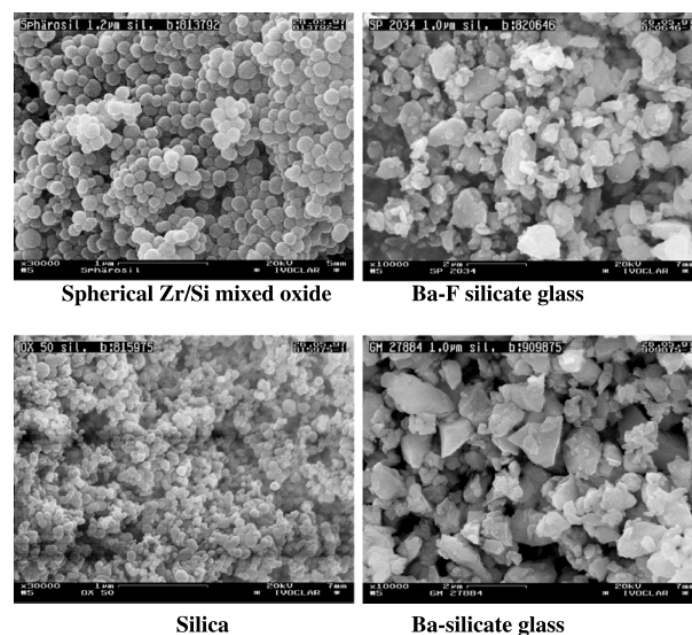


Figura 3. Micrografia de Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM), representativa da estrutura de diferentes partículas de carga inorgânica utilizadas em resinas compostas *in* Klapdohr & Moszner, 2004.

## Agentes de união

A adição de partículas de carga inorgânica às resinas compostas melhora as suas propriedades mecânicas, com tudo é necessário que exista uma união estável entre a carga inorgânica e a matriz resinosa. (Zimmerli, Stadler, Jeger, & Lussi, 2010)

Geralmente os agentes de união são derivados de organossilanos, também conhecidos por silanos, têm a função de unir quimicamente a matriz resinosa e as partículas de carga, impedindo a penetração de água nesta interface. (Cramer *et al.*, 2011)

Uma união eficaz entre a matriz resinosa e as partículas de carga inorgânica traduz-se numa diminuição da velocidade dos processos de degradação da superfície do compósito. (Zimmerli *et al.*, 2010)

Os agentes de união mais comumente utilizados em resinas compostas são silanos como o  $\gamma$ -metacriloxipropil trimetoxissilato ( $\gamma$ -MPS). Uma dispersão não uniforme de silano na superfície das partículas de carga leva a uma ligação insuficiente entre a fase inorgânica e a fase orgânica do compósito, desta forma a dispersão das partículas de carga pela matriz pode não ser tão abrangente, o que torna as propriedades mecânicas do compósito inferiores. (Chen, 2010; Sideridou & Karabela, 2009)

## Ativadores e iniciadores

Na maior parte das resinas compostas os monómeros polimerizam por uma reação de adição causada por fotoiniciadores de radicais livres presentes na matriz, a sua ativação pode ser química ou utilizando uma energia externa como o calor, luz ou microondas. (Klapdohr & Moszner, 2004; Schneider, Cavalcante, Consani, & Ferracane, 2009; Sideridou & Karabela, 2009)

Quando a ativação é química consegue-se através de um sistema de duas pastas, em que uma contém peróxido orgânico como iniciador (peróxido de benzoíla é o mais comum) e outra contém uma amina terciária aromática (por exemplo N-dimetil-p-toluidina) que constitui o ativador. Esta junção entre os constituintes causa a libertação de radicais livres e a polimerização. As resinas quimicamente ativadas têm uma polimerização rápida e são utilizadas na sua grande maioria em grandes reconstruções onde é difícil a

polimerização através de luz. (Anusavice *et al.*, 2013; Klapdohr & Moszner, 2004)

A ativação através de luz é conseguida pela utilização de uma luz visível azul com comprimentos de onda entre os 410 a 500 nm, que é absorvida por um foto-iniciador. (Chen, 2010)

Para esta finalidade uma mistura de canforoquinona e amínicas terciárias são normalmente adicionados às resinas. A canforoquinona é o foto-iniciador mais comum e o acetato de p-dimetilo (EDAMB) o co-iniciador mais utilizado. (Chen, 2010)

A baixa percentagem de canforoquinona de 0.2% na constituição de um compósito é o suficiente para que se dê uma reação ótima, sendo que a formação de radicais livres está directamente dependente do rácio entre este composto e a amina. Algumas aminas podem mesmo ser utilizadas como inibidores de polimerização. O seu excesso pode gerar um atraso na reacção polimerizadora, problemas de estabilidade de cor e formação de produtos oxidativos. (Schneider *et al.*, 2009)

A polimerização de radicais livres dos monómeros da matriz leva à formação gradual de uma rede tridimensional rígida na qual as partículas de carga estão dispersas. Para que a polimerização espontânea não exista utilizam-se inibidores da polimerização, que têm um forte potencial de reação com os radicais livres, reagindo com os mesmos, inibindo assim a propagação da cadeia e evitando o processo de polimerização. (Anusavice *et al.*, 2013; Chen, 2010; Sideridou & Karabela, 2009; Soares *et al.*, 2014)

Um dos inibidores mais usado é o hidroxitolueno butilado que, tal como os restantes, assegura um tempo de trabalho razoável e aumenta o tempo de vida útil em armazenamento das resinas compostas. (Schneider *et al.*, 2009; Sideridou & Karabela, 2009)

## **Pigmentos**

Outros aditivos importantes na composição das resinas compostas são os pigmentos. São estes que conferem a capacidade de mimetizar a cor dos tecidos dentários. Os pigmentos têm de ser estáveis no ambiente oral e a cor não pode alterar-se ao longo do tempo. (Anusavice *et al.*, 2013; Juloski, Radovic, Goracci, Vulicevic, & Ferrari, 2012;



Klapdohr & Moszner, 2004)

Pigmentos oxídicos, como óxido férrico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , vermelho) ou hidróxido férrico ( $\text{FeOOH}$ , amarelo), são frequentemente utilizados. Pigmentos orgânicos também são utilizados mas têm menor estabilidade. (Ferracane, 2011; Klapdohr & Moszner, 2004)

As partículas inorgânicas têm de ser moídas para que haja uma dispersão uniforme pela matriz, (figura 4). A superfície das partículas de pigmento é coberta com uma película de polissiloxano, o que ajuda a obter essa uniformização da dispersão, bem como um tom aceitável. (Ferracane, 2011; Klapdohr & Moszner, 2004)

É importante ter em conta que todos os modificadores ópticos alteram a capacidade de transmissão de luz. Desta forma, as cores mais escuras e mais opacas apresentam menor profundidade de polimerização, requerendo maior tempo de exposição à luz fotopolimerizadora ou a sua colocação em camadas de menor espessura. (Anusavice *et al.*, 2013)

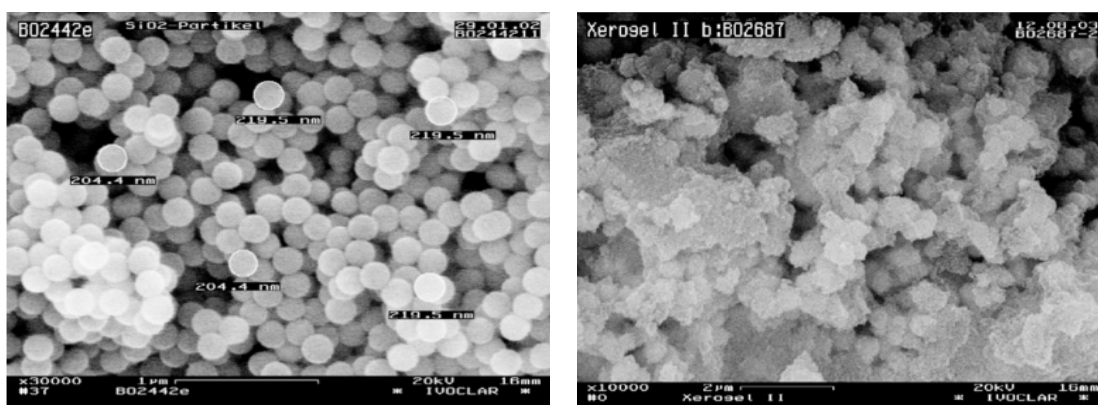


Figura 4. Micrografia recolhida do Microscópio Electrónico de Varrimento (SEM) representativa da estrutura de pigmentos que conferem opalescência (esquerda) e pigmentos de xerogel (direita) in Klapdohr & Moszner, 2004.

## Classificação

A classificação das resinas pode ser feita atendendo a vários aspectos diferentes, no entanto a mais utilizada foi proposta por Lutz e Philips em 1963 e perdura até hoje (figura 5). Dada a grande influencia da fase inorgânica nas propriedades físicas das resinas compostas, esta classificação faz-se tendo como base o tamanho médio das

partículas de carga que compõem em maior número a matriz resinosa. (Anusavice *et al.*, 2013; Zimmerli *et al.*, 2010)

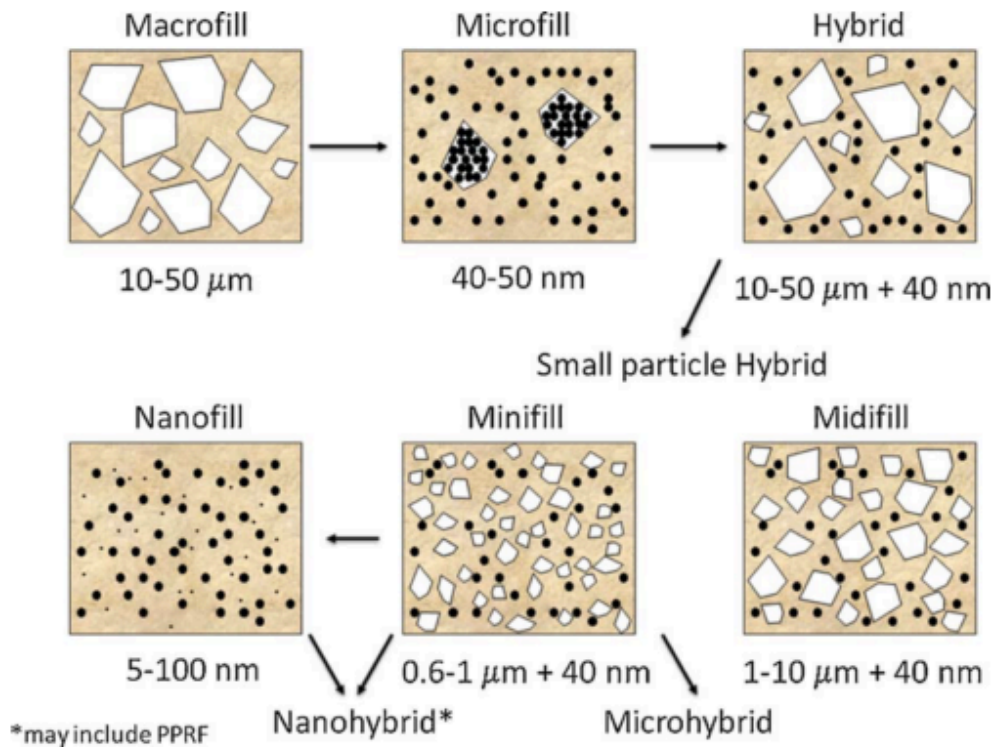


Figura 5. Diagrama representativo do desenvolvimento cronológico da composição das resinas compostas com base nas modificações das partículas de carga inorgânica in Ferracane, 2011.

## Resinas compostas Macroparticuladas

Este material, também chamado de resina composta tradicional, contém entre 70% a 80% de matéria inorgânica no seu peso, correspondente a cerca de 65% do seu volume total. A maioria são partículas de carga com dimensões entre 10 a 50µm, maiores quando comparadas com as restantes categorias. (Klapdohr & Moszner, 2004)

As resinas compostas macroparticuladas contém macropartículas mecanicamente moídas ou trituradas, provenientes de pedaços de materiais puramente inorgânicos, tais como o quartzo, vidro, borosilicato ou cerâmica. Deste processo mecânico resultam partículas com formatos e formas irregulares, e é na natureza resistente destas partículas que consiste a principal desvantagem clínica deste tipo de resinas. (Ferracane, 2011; Lang, Jaarda, & Wang, 1992)

O elevado tamanho das partículas de carga leva à necessidade de um maior desgaste para que se atinja um polimento considerado aceitável, à infiltração marginal e à instabilidade de cor destes compósitos. São materiais antigos que se encontram em desuso. (Ferracane, 2011)

## **Resinas compostas Microparticuladas**

As resinas compostas microparticuladas foram concebidas com o intuito de superar as lacunas estéticas das resinas macroparticuladas, transformando a superfície rugosa numa superfície de textura polida e lustrosa semelhante ao esmalte dentário. (Karabela & Sideridou, 2011)

Estas resinas microparticuladas, foram inadequadamente assim chamadas na época, provavelmente, para enfatizar o facto de as partículas não serem detectadas a olho nu mas sim microscopicamente. Hoje em dia considerar-se-iam nano partículas, devido ao tamanho médio das partículas de sílica ser de aproximadamente 40 nanómetros (nm). Devido a esta diminuição do tamanho das partículas de carga, conseguiu-se criar uma superfície de restauração menos susceptível à acumulação de placa e pigmentação externa. (Ferracane, 2011)

As partículas de carga deste tipo de resinas compostas preenchem entre 32% a 50% do volume total da resina, o que representa 50% a 70% do seu peso. A grande quantidade de matriz orgânica comparada à carga inorgânica de partículas faz com que estas sofram uma maior contração de polimerização, maior coeficiente de expansão térmica e maior absorção de água. (LeSage, 2007)

Apesar deste tipo de resinas se manter resistente ao desgaste durante longos períodos, a velocidade de desgaste quando colocadas em áreas sujeitas a grande carga oclusal torna-se inadequada e clinicamente inaceitável. Este facto, aliado às características finais de acabamento, torna estes compósitos indicados apenas para restaurações em zonas onde a força de desgaste é menor e onde a estética é mais importante. (Anusavice *et al.*, 2013)

## **Resinas compostas Microhíbridas**

As resinas microhíbridas, ao incorporarem partículas de diferentes tamanhos (que variam entre 15-20µm e 0,01-0,05µm) oferecem propriedades mecânicas excelentes, no entanto as suas propriedades estéticas não são as ideais. (Karabela & Sideridou, 2011)

75% a 80% do peso das resinas compostas microhíbridas são partículas de carga e destas, 10% a 20% são partículas de sílica coloidal, sendo as restantes partículas de vidro de tamanhos entre os 0,4 a 1 µm. (Anusavice *et al.*, 2013; Ferracane, 2011)

A elevada distribuição das partículas de carga pela matriz apresenta vantagens, como a força, baixa contração de polimerização (0,6%-1,4%), baixo coeficiente de expansão térmica, baixos valores de absorção de água, flexibilidade, dureza e resistência ao desgaste compatível com restaurações Classe I e classe II de Black. A manutenção do polimento a longo prazo nestes compósitos é a principal desvantagem, no entanto apresentam resultados quase tão satisfatório como as resinas microparticuladas, o que permite que sejam também utilizadas para restaurações classe III e classe IV de Black. (LeSage, 2007)

As resinas compostas microhíbridas são atualmente consideradas compósitos universais devido à sua versatilidade visto serem recomendadas para restaurações tanto anteriores como posteriores. (Ferracane, 2011)

## **Resinas compostas Nanoparticuladas**

A utilização da nanotecnologia na investigação em materiais dentários tem-se mostrado cada vez mais útil sendo as resinas nanoparticuladas prova disso uma vez que estas reúnem as excelentes propriedades mecânicas das resinas microhíbridas com a estética e qualidade de polimento das resinas microparticuladas. (Karabela & Sideridou, 2011)

Estas resinas nanoparticuladas contém 60% a 72% do seu volume em carga inorgânica, que corresponde a 84% do peso das mesmas. (Beun *et al.*, 2007)

Para além de conterem nanopartículas (40 a 50 nm) denominadas nanómeros as resinas nanoparticuladas contêm também aglomerados de partículas chamados “*nanoclusters*”. (Curtis *et al.*, 2009; Karabela & Sideridou, 2011)

Os “*nanoclusters*”, representados na figura 6, são aglomerados de tamanho compreendido entre 0,6 e 1,4  $\mu\text{m}$ , são compostos infiltrados por silano previamente à sua incorporação na matriz compostos por partículas de sílica e zircónia (5 a 20 nm) parcialmente calcinadas. (Curtis *et al.*, 2009)

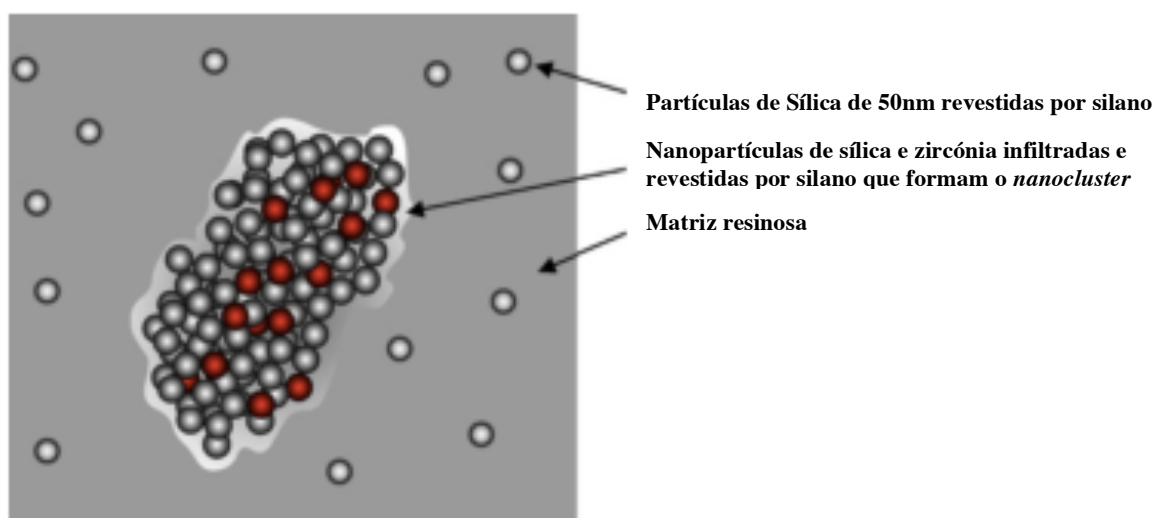


Figura 6. Diagrama representativo dos *nanoclusters* de zircónia/sílica e partículas dispersas na matriz resinosa de uma resina compostas nanoparticulada in Curtis *et al.*, 2009.

Pelo facto estas partículas de carga inorgânica apresentarem um tamanho reduzido, a distribuição e concentração na matriz é mais ampla. Isto permite obter melhores propriedades mecânicas, tais como forças de tensão, compressão e resistência à fractura e uma menor contração de polimerização. Além disso, as propriedades ópticas e estéticas destes compósitos são melhores e o desgaste é menor, o que possibilita a sua utilização tanto em restaurações de dentes posteriores como anteriores. (Karabela & Sideridou, 2011)

### **III. Microdureza de Vickers**

Dureza de um material é a medida da sua resistência à deformação plástica local, indentação ou penetração permanente na superfície, sendo mensurada como uma força por unidade de área de indentação. (Yeh *et al.*, 2011)

Apesar de não ser uma propriedade intrínseca dos materiais, a dureza, constitui um dos parâmetros mais importantes de comparação entre materiais restauradores. Os testes de dureza são incluídos em diversas especificações da American Dental Association (ADA) para os materiais dentários. (Anusavice *et al.*, 2013; Wang, D'Alpino, Lopes, & Pereira, 2003)

A Microdureza é um teste laboratorial não destrutivo e especificamente localizado que fornece dados sobre a resistência mecânica e a resistência ao desgaste do material em estudo. (Zogheib, Lombardo, Pavanelli, & Barca, 2009)

De entre os diferentes testes de determinação da dureza de superfície dos materiais restauradores salientam-se os Testes de *Brinell*, *Knoop*, *Rockwell*, *Vickers*, *Barcol* e *Shore*. Estes métodos distinguem-se pelos seguintes critérios: material do indentador, geometria e carga aplicada . A selecção do teste a utilizar baseia-se no material a ser avaliado. (Anusavice *et al.*, 2013; Wang *et al.*, 2003)

Os testes de dureza de *Vickers* e *Knoop*, são classificados como de microdureza, uma vez que a medição é executada em pequenas regiões e a pouca profundidade (menor que 19µm) (Souza, Victor, & Migliorini, 2009)

Segundo Condon e Ferracane (1997), a microdureza é uma propriedade que influencia de forma directa a longevidade clínica de um material resinoso uma vez que existe uma relação directa entre esta propriedade e a resistência ao desgaste desses materiais. (Beun *et al.*, 2005; Zogheib *et al.*, 2009)

Os testes de dureza, quando comparados com outros testes mecânicos, são amplamente utilizados por serem de fácil execução, rápidos e relativamente baratos.

Comparando os testes de microdureza de *Knoop* e *Vickers* podem apontar-se algumas diferenças técnicas:

O indentador *Vickers* penetra cerca de duas vezes mais em profundidade que o indentador *Knoop*;

A diagonal da indentação *Vickers* tem aproximadamente 1/3 do comprimento da indentação principal *Knoop*;

O teste de *Vickers* é menos sensível às condições da superfície que o teste de *Knoop*;

O teste de *Vickers* é mais sensível a erros de medição do que o teste de *Knoop*;

O teste de *Vickers* é melhor para pequenas áreas arredondadas;

O teste de *Knoop* é melhor para pequenas áreas alongadas;

O teste de *Knoop* é mais indicado para materiais de difícil quebra e de secção fina. (Wang *et al.*, 2003)

O teste de dureza de *Vickers*, representado esquematicamente na figura 7, foi desenvolvido em 1925 por Smith e Sandland, tendo recebido este nome devido à Companhia *Vickers-Armstrong* Lda, que fabricou as máquinas para medir este tipo de dureza.

O penetrador padronizado é uma pirâmide de base quadrada com um ângulo de 136° entre as faces, sendo prensado com uma carga específica sobre a superfície polida do material em teste, como representado na figura 7. A dimensão da impressão é determinada opticamente. Ainda que a penetração não seja redonda, o método de cálculo do número de dureza de *Vickers* (HVN) corresponde, à carga dividida pela área projetada da penetração. Os comprimentos das diagonais da penetração são medidos e os seus valores multiplicados pelo cálculo da área.

O número da dureza *Vickers* é uma função da carga aplicada (P) e da diagonal (d) da base quadrada da impressão na superfície do material.

É um teste adequado para materiais muito duros e ao mesmo tempo frágeis, tendo sido usado para a quantificação da dureza da estrutura dentária. (Anusavice *et al.*, 2013; Baharav, Laufer, Mizrachi, & Cardash, 1996; Wang *et al.*, 2003)

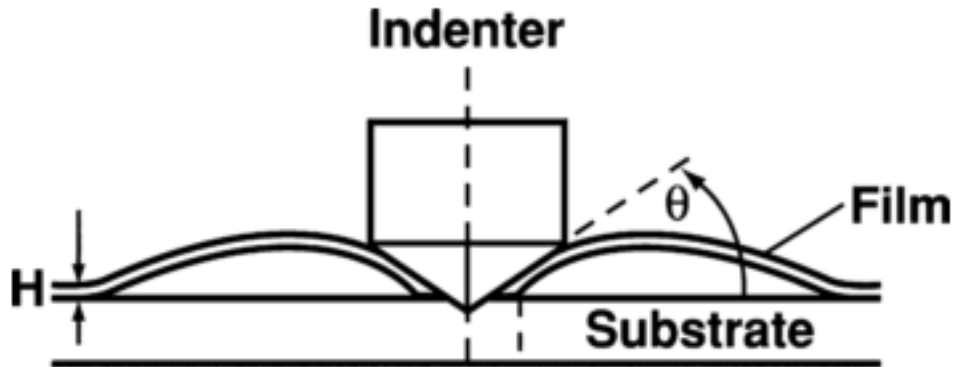


Figura 7. Esquema representativo da indentação de Vickers adaptado de (Doucet et al., 2008)

De entre os testes de microdureza descritos e indicados para o estudo das propriedades físicas de materiais optou-se pela utilização do Teste de Microdureza de *Vickers*. A escolha deste teste em detrimento do Teste de Microdureza de *Knoop* é justificada pelo tipo de material em estudo, a resina composta, dado que o teste de *Knoop* é frequentemente aplicado na avaliação das estruturas dentárias, como o esmalte e a dentina e não em resinas dentárias. (Wang *et al.*, 2003)



## **IV. Objetivo do estudo**

Avaliar a relação da microdureza *Vickers* com a diferente composição de carga inorgânica (híbrida, microhíbrida e nanoparticulada) de três resinas compostas, com submissão ao envelhecimento por *chewing Simulator*

## **V. Hipóteses do estudo**

### **Hipótese Nula**

- Não há alteração na microdureza das resinas compostas submetidas ao envelhecimento.

### **Hipótese alternativa**

- Há alteração na microdureza das resinas compostas submetidas ao envelhecimento.

## **VI. Materiais e Métodos**

### ***Materiais utilizados***

1. Espátula reta (Asa Dental – Bozzano, Italy)
2. Espátula angulada (Asa Dental – Bozzano, Italy)
3. Placa de vidro de mistura
4. Papel de acetato
5. Matriz metálica, com cinco orifícios em forma de disco com 10mm de diâmetro de espessura (ISO 4049:2009)
6. Fotopolimerizador “Optilux 501” (Kerr – Middleton, USA)
7. Compressas para limpeza do fotopolimerizador entre cada utilização
8. Radiômetro “Model 100 Curing Radiometer” (Demetron Research Corporation– Danbury, USA)
9. Resina acrílica metil-metacilato (Vertex - Dental B. V. – Zeist, Holanda)  
Lote XY105L12
10. Filtek™ Z-250 A3 (3M ESPE™ – Minnesota, USA); constituição: Matriz Orgânica (40%) composta por bis-EMA(6), UDMA e TEGDMA, a percentagem de carga é de 60% em volume, de partículas de quartzo, zirconia e sílica entre 0,01µm a 3,5 µm com dimensões médias de 0,6 µm. Lote N533026
11. Filtek™ Supreme XTE Body A3 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) constituição: Matriz Orgânica (21,5%) composta bis-GMA, bis-EMA(6), UDMA e pequena quantidade de TEGDMA; a percentagem de carga 55,6% em volume, contém uma combinação de nanopartículas não-aglomeradas de sílica com tamanho de 20 nm e nanoaglomerados formados por partículas de zircônio/sílica cujo tamanho varia de 5 a 20 nm. O tamanho médio dos aglomerados varia de 0,6 a

- 1,4 µm. Lote N5301030
12. Filtek™ Z-100 A3 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) constituição: Matriz orgânica (34%) composta por bis-GMA e TEGDMA, a percentagem de carga é de 66% em volume de partículas de sílica/zircónio com dimensões médias de 0,6 µm. Lote N525148
13. Água destilada a 36°C
14. Papel absorvente
15. Microdurometro digital Vickers HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan)
16. Chewing Simulator (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen, Westerham, Germany)

### ***Procedimentos laboratoriais***

#### **i. Procedimento inicial de confecção dos espécimes**

Com uma matriz metálica de 10mm de diâmetro e 2mm de espessura (ISO 4049:2009) realizou-se a confecção standardizada dos discos de resina composta. Colocou-se uma placa de vidro e uma folha de acetato por baixo da matriz metálica. Com uma espátula recta inseriu-se uma porção do material na matriz metálica utilizando a técnica incremental, sendo cada incremento com 2mm de espessura, como demonstra a figura 8. Compactou-se com uma espátula angulada e com uma outra placa de vidro protegida com outra folha de acetato.



Figura 8. Imagem recolhida durante a confecção dos discos de resina.

As amostras foram fotopolimerizadas durante 40 segundos (figura 9) e guardadas num recipiente, protegidas da luz e humidade durante 24 horas. Padronizaram-se os tempos de fotopolimerização, segundo as normas dos fabricantes e removeram-se os resíduos do fotopolimerizador entre cada utilização, com compressas embebidas em álcool.

A intensidade da fotopolimerização foi medida por um radiómetro a cada 5 utilizações para que não atingisse valores inferiores a 400 mW/cm<sup>2</sup>, segundo instruções dos fabricantes.

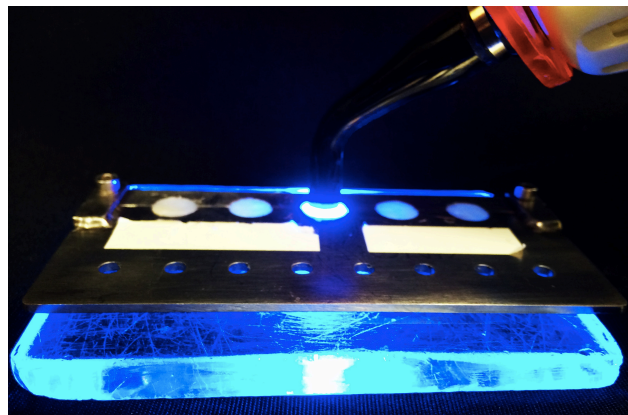


Figura 9. Imagem recolhida aquando a polimerização de um dos discos de resina da amostra.

Produziram-se, ao todo, 30 amostras de discos de resina composta, subdivididos em 3 grupos de 10 discos cada (figura 10), consoante a resina utilizada para a sua confecção.

**Grupo A:** 10 discos de resina composta microhíbrida Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA)

**Grupo B:** 10 discos de resina composta nanoparticulada Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA)

**Grupo C:** 10 discos de resina composta híbrida Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA)

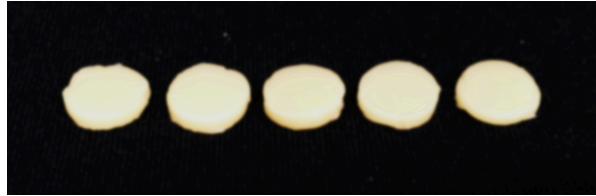


Figura 10. Imagem recolhida após a confecção de um dos grupos da amostra.

Todos os dados obtidos foram registados numa tabela.

## ii. Avaliação inicial da microdureza *Vickers*

Após a confecção das amostras estas foram armazenadas num local seco e escuro e iniciada a medição da microdureza *vickers* do primeiro grupo.

O ensaio de microdureza *Vickers* (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) foi realizado utilizando microdurómetro digital com carga de 29,42 N aplicada durante 5 segundos, como demonstra a figura 11. Foram realizadas cinco leituras (figura 12) em cada amostra, obtendo-se uma média final para cada amostra. Dando um total de 150 identificações iniciais.



Figura 11. Imagem recolhida do ecrã do microdurómetro digital *Vickers* HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) durante a programação para iniciar o teste.

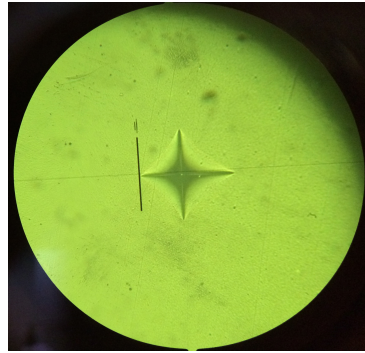


Figura 12. Imagem recolhida do microdurómetro digital *Vickers* HSV-30 (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) aquando a leitura de uma indentação de um dos discos da amostra.

### iii. Envelhecimento das amostras

Em seguida foi realizado, grupo a grupo, o envelhecimento artificial por *Chewing Simulator* (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen- Westerham, Germany), representado esquematicamente na figura 13, equivalente a um ano *in vivo* através de 240 000 ciclos com uma frequência de 1,5 Hz, a uma força de 50N, velocidade de descida de 40 mm/s e um movimento lateral de 0,7mm a uma velocidade de 20 mm/s. (Guo *et al.*, 2014; Heintze, Albrecht, Cavalleri, & Steiner, 2011; Heintze, Cavalleri, Zellweger, Büchler, & Zappini, 2008; Heintze, 2006; Kern, Strub, & Lü, 1999)



Figura 13. Representação esquemática de uma câmara do *chewing simulator* (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen- Westerham, Germany) in (Kohal *et al.*, 2011)

Já concluídas as identações iniciais de cada um dos espécimes estes foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada (Vertex-Dental B. V. – Zeist, Holanda) na base de suporte do *Chewing Simulator* (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen- Westerham, Germany), como demonstra a figura 14, este procedimento foi realizado com o intuito

de eliminar as possíveis oscilações do disco na base de suporte durante o decorrer do processo de envelhecimento.



Figura 14. Imagem recolhida durante a inclusão dos discos de resina composta de um dos grupos em estudo em resina acrílica quimicamente ativada (Vertex-Dental B. V. – Zeist, Holanda).

Cada base de suporte com o respectivo disco de resina composta incorporado foi colocada e fixada, segundo as instruções do fabricante, na câmara do *Chewing Simulator* (figura 15) e submergiu-se com água destilada a 36°C todo o disco e suporte (figura 16).

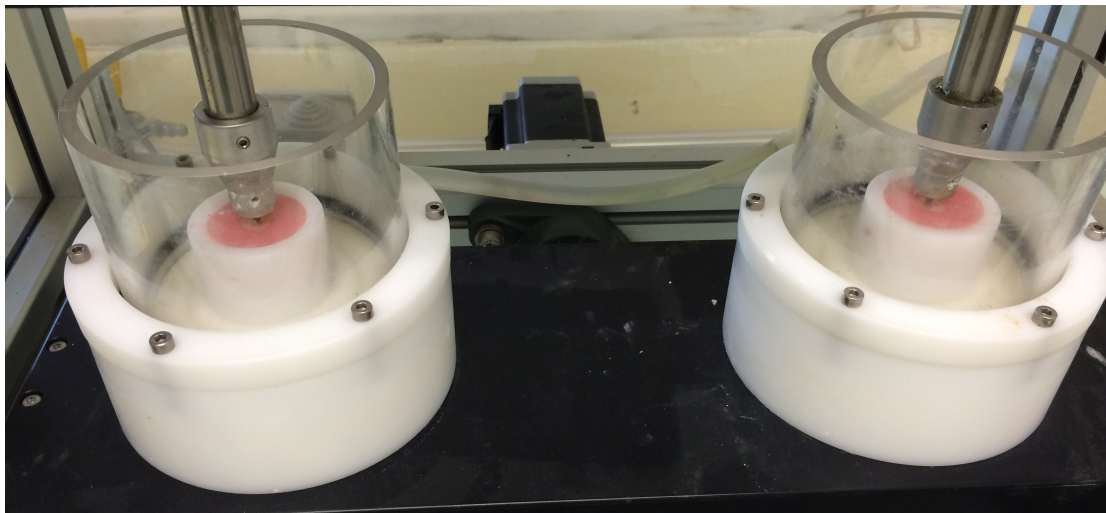


Figura 15. Imagem recolhida durante a montagem dos suportes nas câmaras do *chewing simulator* (SD Mechatronic GmbH, Feldkirchen - Westerham, Germany)



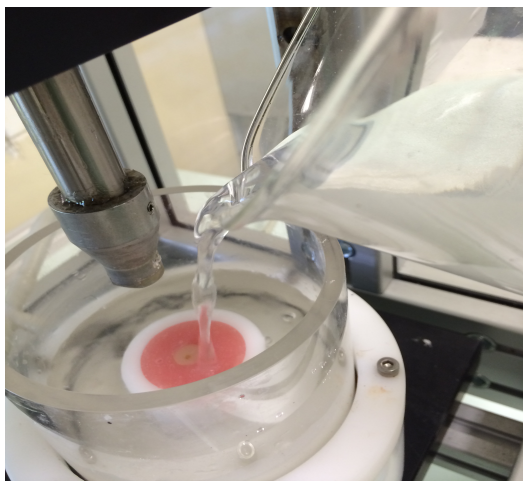


Figura 16. Imagem recolhida durante a submersão com água destilada a 36°C de todo o disco de resina composta e suporte.

#### iv. Avaliação final da microdureza vickers

Após o final dos ciclos de envelhecimento artificial de cada espécime abriu-se a válvula que permite a saída da água destilada e retirou-se a base de suporte com o disco de resina composta da câmara *Chewing Simulator* e os discos foram secos com papel absorvente.

Os 30 discos de resina composta foram retirados das bases do *Chewing Simulator* e cada um foi submetido a novas 5 leituras de microdureza *Vickers* pelo microdurómetro digital *Vickers HSV-30* (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan), representado na figura 17. Dando um total de 150 identações finais.



Figura 17. Imagem representativa do microdurómetro digital *Vickers HSV-30* (Shimadzu Corporation - Kyoto, Japan) captada no Laboratório de Biomateriais do ISCSEM, utilizado no presente estudo.

## v. Análise estatística

Face aos objectivos do trabalho, nomeadamente avaliar o efeito do envelhecimento na dureza de 3 tipos de resinas compostas, aplicou-se a ANOVA de medições repetidas de tipo misto em que o modelo, o tipo de resina, é incluído como factor independente.

Observada a ausência de correlação entre os valores emparelhados da dureza ( $p = 0,475$ ), validam-se os dados e interpreta-se o modelo nesse pressuposto.

A análise estatística foi efectuada com o SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) versão 20.0 para *Windows*.

## VII. Resultados

As tabelas 1, 2 e 3 apresentam os valores de cada uma das identificações iniciais realizadas em cada um dos discos de cada grupo para apurar a microdureza *Vickers*.

Tabela 1. Valores Iniciais de microdureza *Vickers* do grupo A em Kg/mm<sup>2</sup>

Disco	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	90,1	88,5	95,4	92,9	98	91,7	88,5	93	100	91,3
	58,3	92,1	87,1	92,1	96,4	95	82,6	90	89,2	91,3
	95,5	92,5	95,6	90,4	104	94,8	85,7	90,6	101	105
	88,4	97,2	97,7	102	94,4	91,9	89,7	94,2	90,9	90,1
	95,3	95,4	96,6	107	106	89,5	86,2	90,3	100	95
Média	85,52	93,14	94,48	96,88	99,76	92,58	86,54	91,62	96,22	94,54

Tabela 2. Valores Iniciais de microdureza *Vickers* do grupo B em Kg/mm<sup>2</sup>

Disco	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	85,7	91,3	92,2	90	87,6	104	82	92,4	92	114
	85	93,4	93,2	86,9	90	105	86,1	90,6	107	131
	87,7	91,9	92,7	91,4	90,4	88,5	87,5	104	93,5	100
	82,6	88	91,8	89,3	91,9	92,2	83	94,6	88,4	121
	91,6	94,9	104	91,8	91,8	90,6	82,3	94,9	95,6	112
Média	86,52	91,9	94,78	89,88	90,34	96,06	84,18	95,3	95,3	115,6

Tabela 3. Valores Iniciais de microdureza *Vickers* do grupo C em Kg/mm2

Disco	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
	98,6	81,8	134	126	83	122	109	123	121	110
	96,2	84,2	147	111	122	130	105	113	113	96,2
	96,4	88,2	131	134	62,5	123	108	126	114	120
	99	106	135	106	87,4	119	110	120	123	126
	94,9	85,6	116	105	38,4	110	82	120	127	116
Média	97,02	89,16	132,6	116,4	78,66	120,8	102,8	120,4	119,6	113,64

As tabelas 4, 5 e 6 apresentam os valores de microdureza *Vickers* de cada uma das identificações finais realizadas em cada um dos discos após o envelhecimento artificial.

Tabela 4. Valores finais de microdureza *Vickers* do grupo A em Kg/mm2

Disco	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
	81,3	77,5	75,8	71,1	88	80,3	74,5	57,1	70,7	59,2
	70,4	86,6	73,1	88,3	91,1	95,4	89,4	57,2	67,8	61,3
	73,9	83,1	73,9	88,9	91,9	59	89,6	63,7	69,2	57,7
	77,1	84,7	74,6	95,3	87,4	55,6	89,7	76,3	67	62,6
	86,7	81,1	67,7	86,1	87,3	55,9	82,7	64,4	74,2	71,4
Média	77,88	82,6	73,02	85,94	87,566	72,575	85,18	63,74	69,78	62,44

Tabela 5. Valores finais de microdureza *Vickers* do grupo B em Kg/mm<sup>2</sup>

Disco	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
	92,7	83,6	75,4	83,1	84,2	87,5	75,2	83,2	85,1	76
	86,6	84,3	81,2	76,6	111	82,8	77,9	81,3	77,8	78,9
	84,8	85,1	82,5	84,4	94,6	83	81,3	89,7	72,3	74,8
	85,4	92,2	84,9	72,5	91	82	83,5	87,5	80	74
	89,3	92,2	81,4	79,9	93,3	82,8	81,7	81,4	83,9	74,2
Média	87,76	87,48	81,08	79,3	94,82	83,62	79,92	84,62	79,82	75,58

Tabela 6. Valores finais de microdureza *Vickers* do grupo C em Kg/mm<sup>2</sup>

Disco	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
	107	107	95,8	69,5	112	92,7	105	79,2	99,8	113
	102	109	110	65,7	98,8	102	110	70,5	105	113
	107	120	112	63	93,7	136	104	70,7	94,7	119
	111	123	111	64,8	91,1	91,1	103	67,5	103	118
	114	120	115	64,9	97,4	97,5	100	63,8	93,3	119
Média	108,2	115,8	108,76	65,58	98,6	103,86	104,4	70,34	99,16	116,4

A tabela 7 apresenta o valor médio da microdureza *Vickers* dos diferentes tipos de resina antes e depois do envelhecimento, dados que também podem ser visualizados no gráfico 1.

Tabela 7. Microdureza *Vickers* dos diferentes tipos de resina antes e após envelhecimento

Measure: microdureza

resina	factor1	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
				Lower Bound	Upper Bound
Grupo A Filtek™ Z-250	Inicial	93,128	3,521	85,903	100,353
	Final	76,072	3,746	68,385	83,759
Grupo B Filtek™ Supreme XTE	Inicial	93,986	3,521	86,761	101,211
	Final	83,400	3,746	75,713	91,087
Grupo C Filtek™ Z-100	Inicial	109,108	3,521	101,883	116,333
	Final	99,110	3,746	91,423	106,797

Na sequência da ANOVA de medições repetidas de tipo misto, observa-se que:

1. O envelhecimento resulta numa diminuição significativa da microdureza da resina ( $p = 0,001$ ), com uma potência observada de 95,5%.
2. O efeito e magnitude do envelhecimento manifesta-se independentemente do tipo de resina ( $p = 0,631$ ).
3. A microdureza das resinas difere significativamente entre os 3 tipos de resinas ( $p < 0,001$ ), com uma potência observada de 99,9%.
4. As comparações múltiplas entre resinas efectuadas com o teste de Tukey mostram que a dureza da resina Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) é significativamente mais elevada que a das resinas Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) ( $p < 0,001$ ) e Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) ( $p < 0,001$ ).
5. As comparações múltiplas entre resinas efectuadas com o teste de Tukey mostram ainda que as resinas Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) e

Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) não apresentam diferenças significativas de microdureza ( $p = 0,412$ ).

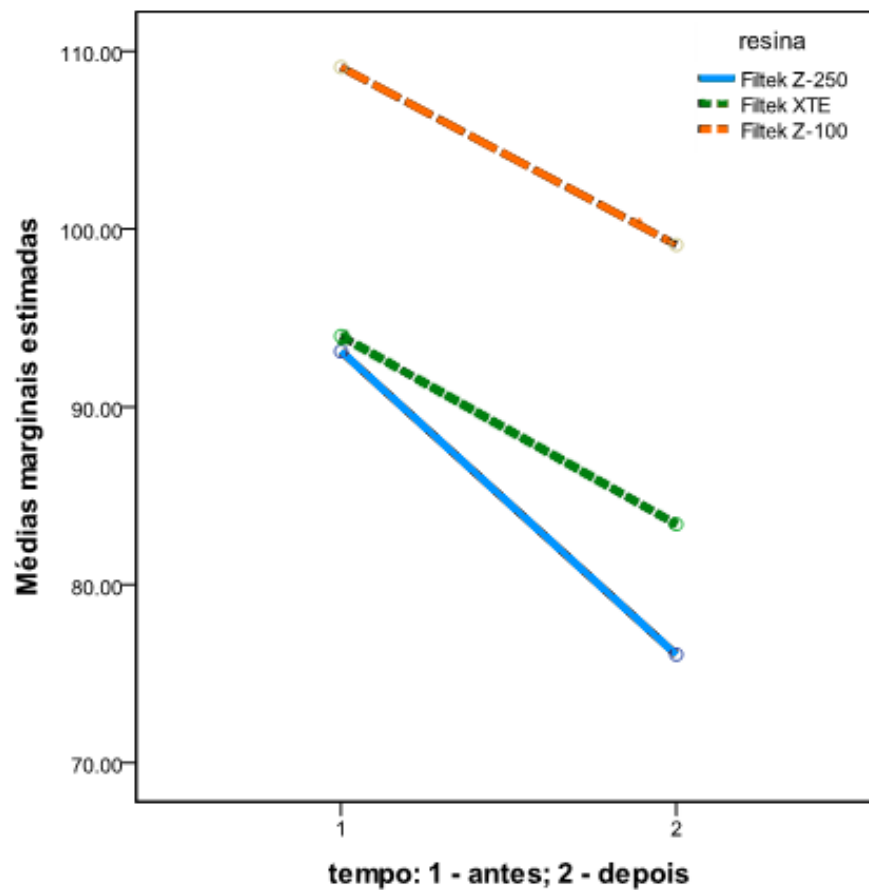


Gráfico 1. Valores médios de microdureza *Vickers* dos diferentes grupos antes e após envelhecimento

## **VIII. Discussão**

A longevidade de uma restauração de resina composta é influenciada pelas condições a do meio em que se encontra. Deste modo, cada restauração está sempre sujeita às condições de temperatura, humidade, pH, hábitos oclusais e forças de mastigação de cada doente. (Belli, Geinzer, Muschweck, Petschelt, & Lohbauer, 2014; Ravindranath, Gosz, Santiago, Drummond, & Mostovoy, 2006; Sarrett, 2005)

Para que seja possível fazer uma correta aplicação clínica das resinas compostas é necessário prever e compreender o comportamento das mesmas, sendo que para isso é importante que se conheçam as suas propriedades. (Anusavice *et al.*, 2013; Ravindranath *et al.*, 2006)

As propriedades físicas e mecânicas das resinas compostas atuais têm vindo a ser aperfeiçoadas, no entanto, propriedades como a contração de polimerização, o coeficiente de expansão térmica e os níveis de desgaste causados por forças mastigatórias continuam a limitar a longevidade das restaurações. (Anusavice *et al.*, 2013)

A deterioração intra-oral das resinas compostas dentárias tem sido descrita em termos de fadiga ou desgaste. Quando esses compósitos são submetidos a ciclos de carga e descarga por pressão, como durante a mastigação, as restaurações podem falhar devido à fadiga causada com tensões que podem ter um valor bastante inferior à sua resistência à tração. Durante a mastigação as restaurações mostram regiões de carga de compressão cercadas por áreas onde o material sofre maior tensão. (Abe *et al.*, 2005; Lin *et al.*, 2013)

Uma aplicação continua das forças levará a uma degradação progressiva da resina composta, o que conduz ao desenvolvimento de fracturas que poderão culminar numa falha catastrófica da restauração dentária. (Drummond, 2008; Padipatvuthikul, Jarad, & Mair, 2010)

Uma das mais frequentes causas do fracasso das restaurações de resina composta são as fracturas que ocorrem devido à fadiga provocada pelas forças mastigatórias. Ou seja, se



a influência de um único ciclo de carga individual não é considerada nociva o suficiente para causar a falha do material, no entanto a repetição de centenas de milhares e até mesmo milhões de ciclos provocam uma deterioração marcada que leva a esse fracasso. (Aboushelib, 2013; Curtis *et al.*, 2009; N Ilie & Hickel, 2011)

As forças mastigatórias variam bastante consoante os indivíduos mas, apesar disso, valores entre os 10 e os 120N são considerados como fisiológicos durante a mastigação e deglutição. No entanto as forças máximas que o aparelho estomatognático consegue exercer são consideravelmente superiores a essas, na região anterior as forças situam-se entre os 100N e os 290N e na região molar estas forças aumentam consideravelmente, podendo alcançar os 800N. (Curtis *et al.*, 2009; Steiner, Mitsias, Ludwig, & Kern, 2009)

Contudo, Ghazal e Kern, (2009), afirmam que para estudos *in vitro* que simulem corretamente o aparelho estomatognático e as suas forças mastigatórias a carga utilizada deve ser entre 48N a 52N, tendo-se assim, no presente estudo, sujeitado os espécimes a forças de 50N.

Para além da quantidade de carga é também importante frisar, que a mastigação é dinâmica, como descrevem Steiner *et al.* (2009) e Heintze *et al.*, 2011 as forças exercidas pelo aparelho estomatognático não são estáticas, observando-se movimentos em forma de onda semi-sinusoidal, realizados com uma frequência de 0,2 a 1,5 Hz com velocidade de descida de 40 mm/s e movimento lateral de 0,7mm a uma velocidade de 20 mm/s.

Deste modo, a fim de obter resultados fiáveis, em testes *in vitro* devem replicar-se as condições fisiológicas da mastigação humana, tanto quanto possível, incluindo as cargas da mordida, os movimentos e a frequência num número de ciclos clinicamente relevantes. Steiner *et al.* (2009) afirma que para simular cinco anos de ação *in vivo* de envelhecimento artificial são necessários 1 200 000 ciclos e considera que este deveria ser o número mínimo utilizado. No entanto, tal como Heintze *et al.*, (2008), também relata a dificuldade da realização de um número tão elevado de ciclos devido ao tempo necessário para tal. Steiner *et al.* (2009) diz ainda que a solução passaria por aumentar o

número de amostras simultaneamente submetidas ao envelhecimento artificial por *chewing simulator* e estuda essa mesma hipótese, acabando por concluir que o envelhecimento artificial não é realizado de um modo totalmente igualitário entre todas as amostras quando envelhecidas em simultâneo.

Tendo em conta o supracitado e dadas as condicionantes temporais do presente estudo, o envelhecimento artificial por *chewing simulator* foi realizado através 240 000 ciclos, com uma frequência de 1,5 Hz e a uma força de 50N. Segundo Guo *et al.*, (2014) 240 000 ciclos equivalem a um ano de envelhecimento *in vivo* com *chewing simulator*.

Fraunhofer (1971) comprovou que existe uma relação diretamente proporcional entre a resistência à abrasão de um material e a sua dureza. Assim, de entre os testes de microdureza descritos e indicados para o estudo das propriedades físicas dos materiais optou-se neste estudo pela utilização do Teste de microdureza de *Vickers* para testar a resistência de cada compósito. A escolha deste teste em detrimento do Teste de microdureza de *Knoop* é justificada pelo tipo de material em estudo, a resina composta, dado que o teste de *Knoop* é frequentemente aplicado na avaliação das estruturas dentárias, como o esmalte e a dentina e não em resinas dentárias. (Wang *et al.*, 2003)

Diversos são os fatores que podem influenciar a microdureza das resinas compostas, dentre eles destaca-se conteúdo de carga na resina composta. Segundo Brandão, Abado, Vaz e Saad (2005), o tipo e a quantidade de partículas de carga inorgânica que estão presentes na composição das resinas compostas estão diretamente relacionados com a sua resistência às forças mastigatórias. O mesmo defendem Klapdohr e Moszner (2004) e acrescentam ainda que o desempenho clínico de uma resina composta depende em muito da sua constituição inorgânica. Segundo Willems, Lambrechts, Braem, Celis e Vanherle (1992) e Marovic *et al.* (2013), quanto maior a quantidade de carga inorgânica de um compósito maior será a sua microdureza.

Com tal em vista definiu-se como variável do estudo a diferente carga inorgânica das resinas compostas e escolheram-se três resinas compostas da 3M ESPE™ sendo estas: Filtek™ Z-100, classificada quanto à sua carga inorgânica como resina composta híbrida; Filtek™ Z-250, classificada quanto à sua carga inorgânica como resina

composta microhíbrida e Filtek™ Supreme XTE, classificada quanto à sua carga inorgânica como resina composta nano-particulada (tabela 8).

As resinas híbridas têm partículas de carga que preenchem entre 55% a 65% do volume, que representa 70% a 80% do peso destes compósitos, tendo uma grande quantidade de matriz comparada à carga inorgânica de partículas. (LeSage, 2007)

As resinas microhíbridas, ao incorporarem partículas de diferentes tamanhos oferecem propriedades mecânicas excelentes, 75% a 80% do peso das resinas compostas microhíbridas são partículas de carga, no entanto as suas propriedades estéticas não são as ideais. (Ferracane, 2011; Karabela & Sideridou, 2011)

As resinas compostas nanoparticuladas contém 50% a 72% do seu volume em carga inorgânica que corresponde a 84% do peso das mesmas. (Beun *et al.*, 2007)

Tabela 8. Caracterização e percentagem da carga inorgânica das resinas compostas em estudo

<i>Compósitos em estudo</i>	<i>Tipo de partículas de carga inorgânica</i>	<i>% da carga inorgânica</i>
<b>Filtek™ Z-100</b>	zircônio/silica	66%
<b>Filtek™ Z-250</b>	Quartzo, zirconia /silica	60%
<b>Filtek™ Supreme XTE</b>	nanopartículas não-aglomeradas de silica	55.6%
	nanoaglomerados de zircônio/silica	

O espaçamento inter-partículas é diferente em cada resina composta, devido à diversidade de forma, tamanho e conteúdo das partículas de carga inorgânica. Neste contexto, os compostos híbridos possuem a maior percentagem de cargas inorgânicas e exibem a dispersão de carga mais homogênea, juntamente com a ligação química forte entre as partículas de carga e a matriz de resina. (Scougall-Vilchis *et al.*, 2009)

Beun *et al.* (2005) no seu estudo colocam a hipótese de um compósito de elevadas propriedades mecânicas, conferidas pela carga inorgânica, obter maior resistência a

cargas oclusais do um que outro com propriedades mecânicas mais baixas. Hipótese essa que nos é possível corroborar observando os resultados obtidos neste estudo.

As comparações entre resinas efectuadas com o teste de Tukey mostram que a dureza da resina Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA), classificada como uma resina híbrida com uma percentagem de carga inorgânica de 66%, é significativamente mais elevada que a das resinas Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA), classificada como uma resina microhíbrida com uma percentagem de carga de 60%, e Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA), classificada como uma resina nanoparticulada com uma percentagem de carga de 55,6%.

Corroborando também o presente estudo já em 1995, Suzuki, Leinfelder, Kawai e Tsuchitani (1995) verificaram que a dureza de resinas híbridas, que apresentavam maior percentagem de partículas de carga, foi superior à das resinas microhíbridas.

Kim, Ong e Okuno, (2002) afirmam que a elevada dureza de uma resina composta produz um efeito positivo na resistência ao desgaste e que desta forma, perante os resultados que obtivemos podemos afirmar que a resina composta Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) é a que apresenta maior resistência e durabilidade

Todavia, Anusavice *et al.*, 2013 descreve que apesar deste tipo de resinas, as híbridas, se manterem resistentes ao desgaste durante longos períodos de tempo, a suas velocidade de desgaste quando colocadas em áreas sujeitas a grande carga oclusal torna-se inadequada e clinicamente inaceitável nesses longos períodos. Este facto, aliado às características finais de acabamento, torna estes compósitos indicados apenas para restaurações em zonas onde a força de desgaste é menor. Devido ao número de ciclos realizado no presente estudo, que apenas equivale a um ano de mastigação *in vivo*, devemos também considerar esta hipótese como válida embora os dados recolhidos demonstrem que a resina composta Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) se tenha destacado em termos de resistência.

O termo resistência ao desgaste refere-se à capacidade de um material resistir à perda de superfície resultante de diferentes processos como a abrasão, adesão, fadiga e efeitos corrosivos. A abrasão e a atrição são, no entanto, os principais mecanismos

responsáveis pelo desgaste dentário. No caso específico das resinas compostas, será a capacidade de uma resina em resistir a contactos de estruturas dentárias oponentes, outros materiais restauradores, alimentos e até cerdas dentárias. (Anusavice *et al.*, 2013)

O fabricante das resinas compostas Filtek™ Supreme XTE e Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) recomenda o uso da resina Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) maioritariamente em restaurações de dentes anteriores e considera o compósito Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) uma resina composta universal com indicação para zonas anteriores e posteriores.

Segundo El-Safty, Akhtar, Silikas, e Watts (2012) as resinas compostas nanoparticuladas que possuem partículas de carga pequenas, em grandes concentrações e bem unidas à matriz da resina são as mais resistentes ao desgaste.

No entanto, as comparações múltiplas entre resinas, efectuadas com o teste de Tukey no presente estudo mostram que as resinas Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) e Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) não apresentam diferenças significativas de microdureza ( $p = 0,412$ ) da mesma forma que demonstram, no seu ensaio Beun *et al.* (2005) e Hahnel *et al.*, (2011).

Desta forma, não podemos corroborar o estudo de El-Safty, Akhtar, Silikas, e Watts (2012). No entanto, com base nos resultados obtidos, podemos considerar a resina composta Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) indicada para uso tanto em zonas anteriores como posteriores, podendo equiparar-se à resina Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) em termos de resistência ao desgaste.

Além disso, as propriedades óticas e estéticas destes compósitos nanoparticulados são consideradas melhores por Karabela & Sideridou (2011) e Lawson & Burgess (2014), comparativamente com resinas compostas microhíbridas, posto isto, e não sendo as suas diferenças de microdureza consideradas significativas, possibilita-nos afirmar que a sua utilização tanto em restaurações de dentes posteriores como anteriores está indicada.

Quanto menor for a distância entre as partículas, mais a matriz vai ser protegida contra as atividades erosivas. Assim também por este motivo as resinas nanoparticuladas têm demonstrado possuir propriedades mecânicas favoráveis para que sejam utilizadas em zonas de stress mastigatório. (Scougall-Vilchis *et al.*, 2009)

**Relevância clínica:** a importância deste estudo prende-se com a importância dos médicos dentistas conhecerem as propriedades dos materiais com que trabalham e que estão disponíveis no mercado, para que deles retirem a sua máxima funcionalidade e com isto melhorem não só a qualidade do tratamento como também a longevidade do mesmo.

No presente estudo avalia-se a microdureza de três tipos de resinas compostas. Sendo que a dureza é considerada diretamente proporcional à durabilidade das mesmas, pelos dados obtidos, considerou-se a resina composta híbrida Filtek™ Z-100 (3M ESPE™ – Minnesota, USA) aquela que terá maior longevidade quando submetida às forças mastigatórias. No entanto a utilização deste compósito está a cair em desuso pois, embora apresente bons resultados em termos de longevidade, estes não são suficientes para colmatar outras falhas como a capacidade de biomimetismo. Devido ao tamanho das suas partículas de carga estes tipo de resinas compostas não possui as características para conferir a estética desejada hoje em dia em restaurações diretas, como o vieram permitir resina composta como a Filtek™ Supreme XTE (3M ESPE™ – Minnesota, USA) ou mesmo a Filtek™ Z-250 (3M ESPE™ – Minnesota, USA), por exemplo.

O mercado acompanha a constante evolução e inovação da ciência, assim outros compósitos, como as resinas compostas nanoparticuladas, surgiram para colmatar essas lacunas estéticas. Estes compósitos pretendem fornecer as propriedades estéticas necessárias para restaurações anteriores, bem como as propriedades mecânicas necessárias para restaurações posteriores, que estejam submetidas ao stress mastigatório.

Embora os testes de laboratório não possam reproduzir na perfeição as condições intraorais e a mastigação, este estudo dá suporte a uma melhor compreensão sobre a longevidade das resinas compostas utilizadas em restaurações diretas dentárias quando sujeitas às forças do aparelho estomatognático. No entanto, são necessários novos estudos que simulem um maior número de anos de envelhecimento e com uma maior diversidade de materiais utilizados na prática clínica.

## IX. Conclusões

De acordo com os dados obtidos neste estudo pode concluir-se que:

- Quanto maior a percentagem de carga inorgânica de uma resina composta maior a sua microdureza.
- Existe uma diminuição significativa da resistência de todas as resinas compostas estudadas.
- De acordo com a evidência disponibilizada pelos dados obtidos nesta amostra, a resina composta Filtek™ Z-100 foi o que apresentou melhores resultados de resistência à mastigação, pois obteve uma menor diferença na comparação entre a microdureza inicial e final.
- A resinas composta Filtek™ Z-250 considerada universal e indicada para todo o tipo de restaurações, incluindo zonas posteriores, não obteve diferenças significativamente estatísticos em relação à resina composta Filtek™ Supreme XTE.
- Filtek™ Supreme XTE por não apresentar valores de microdureza significativamente menores do que a resina universal é também indicada para restaurações de zonas posteriores.

A hipótese nula deve ser rejeitada aceitando-se assim a hipótese alternativa, uma vez que há alteração na microdureza das resinas compostas submetidas ao envelhecimento.

### Perspectivas Futuras:

- Avaliar a microdureza *Vickers* das resinas compostas estudadas submetidas a *chewing simulator* simulando 5 anos de envelhecimento *in vivo*.
- Avaliar a microdureza *Vickers* de uma maior diversidade de materiais utilizados na prática clínica submetidos a *chewing simulator*.
- Avaliar, através de microscopia de forças atómicas (AFM), a rugosidade das resinas compostas após envelhecimento.

## X. Bibliografia

- Abe, Y., Braem, M. J. a, Lambrechts, P., Inoue, S., Takeuchi, M., & Van Meerbeek, B. (2005). Fatigue behavior of packable composites. *Biomaterials*, 26(17), 3405–9. doi:10.1016/j.biomaterials.2004.09.029
- Aboushelib, M. N. (2013). Simulation of cumulative damage associated with long term cyclic loading using a multi-level strain accommodating loading protocol. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 29(2), 252–8. doi:10.1016/j.dental.2012.10.009
- Anusavice, K., Phillips, R., Shen, C., & Rawls, H. (2013). *Phillips' science of dental materials* (12th ed.). Retrieved from <http://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=gzUeKDhPKQC&oi=fnd&pg=PP1&dq=Phillips%27+Science+of+Dental+Materials&ots=BfKXq3JNjY&sig=ZSbRKNKDNRDTYNjJ2s2rHuZlwCE>
- Baharav, H., Laufer, B. Z., Mizrachi, a, & Cardash, H. S. (1996). Effect of different cooling rates on fracture toughness and microhardness of a glazed alumina reinforced porcelain. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 76(1), 19–22. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/8814629>
- Belli, R., Geinzer, E., Muschweck, A., Petschelt, A., & Lohbauer, U. (2014). Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 30(4), 424–32. doi:10.1016/j.dental.2014.01.003
- Beun, S., Glorieux, T., Devaux, J., Vreven, J., & Leloup, G. (2005). Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites & S', 3, 51–59. doi:10.1016/j.dental.2005.12.003
- Beun, S., Glorieux, T., Devaux, J., Vreven, J., & Leloup, G. (2007). Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 23(1), 51–9. doi:10.1016/j.dental.2005.12.003
- Blackham, J. T., Vandewalle, K. S., & Lien, W. (2009). Properties of hybrid resin composite systems containing prepolymerized filler particles. *Operative Dentistry*, 34(6), 697–702. doi:10.2341/08-118-L
- Brandão, L., Abado, G. L., Vaz, L. G., & Saad, J. R. C. (2005). Compressive strength and compressive fatigue limit of conventional and high viscosity posterior resin composites Resistência a compressão e limite de fadiga compressiva de resinas compostas convencional e de alta viscosidade para dentes posteriores. *Dental Materials*, 19(4), 272–277.



- Chen, M.-H. (2010). Update on dental nanocomposites. *Journal of Dental Research*, 89(6), 549–60. doi:10.1177/0022034510363765
- Cramer, N. B., Stansbury, J. W., & Bowman, C. N. (2011). Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *Journal of Dental Research*, 90(4), 402–16. doi:10.1177/0022034510381263
- Curtis, A. R., Palin, W. M., Fleming, G. J. P., Shortall, A. C. C., & Marquis, P. M. (2009). The mechanical properties of nanofilled resin-based composites: the impact of dry and wet cyclic pre-loading on bi-axial flexure strength. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 25(2), 188–97. doi:10.1016/j.dental.2008.06.003
- Doucet, S., Tavernier, B., Colon, P., & Picard, B. (2008). Adhesion between dental ceramic and bonding resin: quantitative evaluation by Vickers indenter methodology. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 24(1), 45–9. doi:10.1016/j.dental.2007.01.010
- Drummond, J. (2008). Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *Journal of Dental Research*, 87(8), 710–719. Retrieved from <http://jdr.sagepub.com/content/87/8/710.short>
- El-Safty, S., Akhtar, R., Silikas, N., & Watts, D. C. (2012). Nanomechanical properties of dental resin-composites. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 28(12), 1292–300. doi:10.1016/j.dental.2012.09.007
- Ferracane, J. L. (2011). Resin composite--state of the art. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 27(1), 29–38. doi:10.1016/j.dental.2010.10.020
- Ferracane, J. L. (2013). Resin-based composite performance: are there some things we can't predict? *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 29(1), 51–8. doi:10.1016/j.dental.2012.06.013
- Fraunhofer, J. A. V. (1971). The surface hardness of polymeric restorative materials. *Brit Dent J*, 130(16), 43 – 5.
- Ghazal, M., & Kern, M. (2009). Wear of human enamel and nano-filled composite resin denture teeth under different loading forces. *Journal of Oral Rehabilitation*, 36(1), 58–64. doi:10.1111/j.1365-2842.2008.01904.x
- Guo, J., Tian, B., Wei, R., Wang, W., Zhang, H., Wu, X., ... Zhang, S. (2014). Investigation of the time-dependent wear behavior of veneering ceramic in porcelain fused to metal crowns during chewing simulations. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 40, 23–32. doi:10.1016/j.jmbbm.2014.08.006
- Hahnel, S., Schultz, S., Trempler, C., Ach, B., Handel, G., & Rosentritt, M. (2011). Two-body wear of dental restorative materials. *Journal of the Mechanical*

*Behavior of Biomedical Materials*, 4(3), 237–44.  
doi:10.1016/j.jmbbm.2010.06.001

- Halvorson, R. H., Erickson, R. L., & Davidson, C. L. (2003). The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 19(4), 327–33. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12686298>
- Heintze, S. D. (2006). How to qualify and validate wear simulation devices and methods. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 22(8), 712–34. doi:10.1016/j.dental.2006.02.002
- Heintze, S. D., Albrecht, T., Cavalleri, a, & Steiner, M. (2011). A new method to test the fracture probability of all-ceramic crowns with a dual-axis chewing simulator. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 27(2), e10–9. doi:10.1016/j.dental.2010.09.004
- Heintze, S. D., Cavalleri, a, Zellweger, G., Büchler, a, & Zappini, G. (2008). Fracture frequency of all-ceramic crowns during dynamic loading in a chewing simulator using different loading and luting protocols. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 24(10), 1352–61. doi:10.1016/j.dental.2008.02.019
- Ilie, N., & Hickel, R. (2009). Investigations on mechanical behaviour of dental composites. *Clinical Oral Investigations*, 13(4), 427–38. doi:10.1007/s00784-009-0258-4
- Ilie, N., & Hickel, R. (2011). Resin composite restorative materials. *Australian Dental Journal*, 56 Suppl 1, 59–66. doi:10.1111/j.1834-7819.2010.01296.x
- Ilie, N., Rencz, A., & Hickel, R. (2013). Investigations towards nano-hybrid resin-based composites, 185–193. doi:10.1007/s00784-012-0689-1
- Jandt, K. D., & Sigusch, B. W. (2009). Future perspectives of resin-based dental materials, 5, 1001–1006. doi:10.1016/j.dental.2009.02.009
- Juloski, J., Radovic, I., Goracci, C., Vulicevic, Z. R., & Ferrari, M. (2012). Ferrule effect: a literature review. *Journal of Endodontics*, 38(1), 11–9. doi:10.1016/j.joen.2011.09.024
- Karabela, M. M., & Sideridou, I. D. (2011). Synthesis and study of properties of dental resin composites with different nanosilica particles size. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 27(8), 825–35. doi:10.1016/j.dental.2011.04.008
- Kern, M., Strub, J. R., & Lü, X. Y. (1999). Wear of composite resin veneering materials in a dual-axis chewing simulator. *Journal of Oral Rehabilitation*, 26(5), 372–8. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10373083>

- Kim, K., Ong, J., & Okuno, O. (2002). The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent*, 87, 642–649.
- Klapdohr, S., & Moszner, N. (2004). New Inorganic Components for Dental Filling Composites. *Monatshefte Für Chemie - Chemical Monthly*, 136(1), 21–45. doi:10.1007/s00706-004-0254-y
- Kohal, R. J., Wolkewitz, M., & Tsakona, A. (2011). The effects of cyclic loading and preparation on the fracture strength of zirconium-dioxide implants: an in vitro investigation. *Clinical Oral Implants Research*, 22(8), 808–14. doi:10.1111/j.1600-0501.2010.02067.x
- Lang, B. R., Jaarda, M., & Wang, R. F. (1992). Filler particle size and composite resin classification systems. *Journal of Oral Rehabilitation*, 19(6), 569–584.
- Lawson, N. C., & Burgess, J. O. (2014). Wear of nanofilled dental composites at varying filler concentrations. *Journal of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials*, (February), 1–6. doi:10.1002/jbm.b.33212
- LeSage, B. P. (2007). Aesthetic anterior composite restorations: a guide to direct placement. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 359–578.
- Lin, J., Sun, M., Zheng, Z., Shinya, A., Han, J., Lin, H., ... Shinya, A. (2013). Effects of rotating fatigue on the mechanical properties of microhybrid and nanofiller-containing composites. *Dental Materials Journal*, 32(3), 476–483. doi:10.4012/dmj.2012-225
- Marovic, D., Panduric, V., Tarle, Z., Ristic, M., Sariri, K., Demoli, N., ... Prskalo, K. (2013). Degree of conversion and microhardness of dental composite resin materials. *Journal of Molecular Structure*, 1044, 299–302. doi:10.1016/j.molstruc.2012.10.062
- Padipatvuthikul, P., Jarad, F. D., & Mair, L. (2010). Determination of surface and subsurface fatigue damage in dental composites. *Wear*, 268(11-12), 1483–1489. doi:10.1016/j.wear.2010.02.025
- Ravindranath, V., Gosz, M., Santiago, E. De, Drummond, J. L., & Mostovoy, S. (2006). Effect of Cyclic Loading and Environmental Aging on the Fracture Toughness of Dental Resin Composite, 226–235. doi:10.1002/jbmb
- Sarrett, D. C. (2005). Clinical challenges and the relevance of material testing for posterior composite restorations. *Dental Materials*, (21), 9–20.
- Schneider, L. F., Cavalcante, L. M., Consani, S., & Ferracane, J. L. (2009). Effect of co-initiator ratio on the polymer properties of experimental resin composites formulated with camphorquinone and phenyl-propanedione. *Dental Materials*, 25, 369–375.

- Scougall-Vilchis, R. J., Hotta, Y., Hotta, M., Idono, T., & Yamamoto, K. (2009). Examination of composite resins with electron microscopy, microhardness tester and energy dispersive X-ray microanalyzer. *Dental Materials Journal*, 28(1), 102–12. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19280975>
- Sideridou, I. D., & Karabela, M. M. (2009). Effect of the amount of 3-methacyloxypropyl trimethoxysilane coupling agent on physical properties of dental resin nanocomposites. *Dental Materials*, 25, p. 1315–1324.
- Soares, G. P., Ambrosano, G. M. B., Lima, D. A. N. L., Marchi, G. M., Correr-Sobrinho, L., Lovadino, J. R., & Aguiar, F. H. B. (2014). Effect of light polymerization time, mode, and thermal and mechanical load cycling on microleakage in resin composite restorations. *Lasers in Medical Science*, 29(2), 545–50. doi:10.1007/s10103-012-1244-7
- Souza, E. De, Victor, J., & Migliorini, V. (2009). Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos, 38(3), 154–160.
- Steiner, M., Mitsias, M. E., Ludwig, K., & Kern, M. (2009). In vitro evaluation of a mechanical testing chewing simulator. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 25(4), 494–9. doi:10.1016/j.dental.2008.09.010
- Suzuki, S., Leinfelder, K., Kawai, K., & Tsuchitani, Y. (1995). Effect of particle variation on wear rates of posterior composites. *AM J Dent*, 8, 173–8.
- Wang, L., D'Alpino, P. H. P., Lopes, L. G., & Pereira, J. C. (2003). Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests. *Journal of Applied Oral Science : Revista FOB*, 11(3), 162–7. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21394387>
- Willems, G., Lambrechts, P., Braem, M., Celis, J., & Vanherle, G. (1992). A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dental Materials*, 8, 310–9.
- Yeh, S.-T., Wang, H.-T., Liao, H.-Y., Su, S.-L., Chang, C.-C., Kao, H.-C., & Lee, B.-S. (2011). The roughness, microhardness, and surface analysis of nanocomposites after application of topical fluoride gels. *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials*, 27(2), 187–96. doi:10.1016/j.dental.2010.10.013
- Zimmerli, B., Stadler, O., Jeger, F., & Lussi, A. (2010). Composite materials : Composition , properties and clinical applications. *Schweiz Monstsschr Zahnmed*, 10(May 2009).
- Zogheib, L. V., Lombardo, G. H. L., Pavanelli, C. A., & Barca, D. C. (2009). Evaluation of Vickers hardness of direct and indirect composite resins, 12(1), 23–30.